E/CONF.39/D/70
9 Oct.1962
ORIGINAL : FRANCAIS

CONFÉRENCE DES NATIONS UNIES
SUR L'APPLICATION DE LA SCIENCE ET DE LA TECHNIQUE
DANS L'INTÉRÊT DES RÉGIONS PEU DÉVELOPPÉES

Point de l'ordre du jour : D.4.2 France

ETUDE SUR LA PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU DES MATIERES PLASTIQUES EN FEUILLES SOUPLES ET MINCES, EN FONCTION DE L'EPAISSEUR, DE LA TEMPERATURE, DE L'HUMIDITE

Par Ph. BLANCHE,
Ingénieur au Laboratoire général
pour emballages

Les mémoires rédigés à l'intention de la Conférence des Nations Unies sur l'application de la science et de la technique dans l'intérêt des régions peu développées sont des documents de travail. Ils sont publiés tels qu'ils ont été présentés et les assertions et opinions qu'ils contiennent sont celles de leurs auteurs.

NOTES

1. Les mémoires choisis pour être présentés en séance générale pourront être obtenus à la Conférence dans les langues officielles suivantes des Nations Unies: anglais, espagnol, français et russe.

2. Les mémoires choisis pour être présentés en séance spéciale pourront être obtenus à la Conférence dans l'une seulement de ces langues officielles.

3. Les résumés qui ont été rédigés pour tous les mémoires par les auteurs de ceux-ci pourront être obtenus à la Conférence dans les langues officielles suivantes des Nations Unies: anglais, espagnol, français et russe.

4. Préalablement à la Conférence, les mémoires et les résumés ne feront pas l'objet d'une distribution générale mais d'un tirage restreint destiné aux délégations des gouvernements et autres participants officiels. La publication et la distribution générale des actes de la Conférence s'effectueront conformément aux règles et pratiques agréées par le Comité des publications des Nations Unies.

ETUDE SUR LA PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU DES MATIERES PLASTIQUES EN FEUILLES SOUPLES ET MINCES, EN FONCTION DE L'EPAISSEUR, DE LA TEMPERATURE, DE L'HUMIDITE

par Ph. BLANCHE, ingénieur au Laboratoire général pour Emballages

- P R E L I M I N A I R E S -

L'utilisation de plus en plus importante des matières plastiques comme matériau de protection contre l'humidité implique la connaissance, aussi précise que possible, de la perméabilité à la vapeur d'eau de ces matériaux dans diverses conditions.

Cette connaissance du taux de perméabilité est essentielle pour déterminer le temps d'efficacité de la protection, la quantité de deshydratant à placer dans le volume à protéger.

Elle doit aussi permettre à l'utilisateur de fixer son choix sur la nature du matériau à utiliser et sur l'épaisseur à adopter.

Ces considérations nous ont amené à entreprendre une étude dont le but est de déterminer le taux de perméabilité à la vapeur d'eau des matières plastiques en film les plus utilisées, en fonction de leur épaisseur, de la température et de l'hygrométrie.

I - CHOIX D'UNE METHODE

Avant de commencer les mesures, il a été nécessaire de faire le point sur les différentes méthodes utilisées. La documentation et les contacts avec différents Laboratoires ont fait ressortir une seule et même méthode générale qui consiste à séparer deux milieux, l'un sec et l'autre humide, par le film dont on cherche à déterminer la perméabilité à la vapeur d'eau.

Mais il existe de nombreuses variantes à cette méthode générale. Ces variantes portent d'une part, sur la fixation du film sur le porte-éprouvette, d'autre part, sur les moyens de créer les milieux sec et humide.

Il a donc été nécessaire d'expérimenter toutes ces diverses variantes afin de fixer notre choix ; tel a été le but de la première étude.

1) Méthode de la cuvette sèche

a) à joint de cire

Sur une cuvette en aluminium contenant du Ca Cl2 anhydre l'on place l'échantillon circulaire à essayer. L'on assure sa fixation et l'étanchéité en coulant un joint de cire sur l'échantillon le long du bord de la cuvette. Après avoir pesé cet appareil à 0,001 g près, on le place dans une étuve humide. Toutes les n heures, l'on repése l'appareil jusqu'à ce que l'accroissement de poids entre deux pesées soit constant.

Ce procédé a des inconvénients :

- la confection du joint de cire demande une certaine dextérité,
- il est difficilement utilisable pour les matériaux revêtus d'un corps dont le point de fusion est inférieur au point de fusion de la cire,
- le joint de cire a parfois tendance à se contracter, à se décoller des bords de la cuvette et l'étanchéité n'est plus assurée,
- enfin, certaines cires peuvent être légèrement hygroscopiques.

Le premier inconvénient : dextérité : est éliminé par l'entraînement de l'opérateur.

Le deuxième inconvénient : incompatibilité avec certains matériaux enduits : disparaît du fait que nous n'étudierons que les "matières plastiques" au sens actuel et restreint du terme.

Le troisème inconvénient : décollement du joint : a été éliminé par l'adoption d'une cuvette à gorge dont le profil a été soigneusement déterminé.

Le quatrième inconvénient: cire hygroscopique : a été écarté par l'adoption, après de nombreux essais, d'un type de cire minérale particulier : MOBILWAX n° 5.

b) à anneau vissé

Une solution consiste à remplacer le joint de cire par un anneau à filetage interne que l'on visse, le bord de la cuvette comportant un filetage externe.

De nombreux essais ont fait ressortir les inconvénients suivants :

1/ froissement et détérioration du film au moment du serrage de l'anneau,

2/ après un séjour de quelques heures en étuve, l'anneau s'est dilaté et légèrement desserré,

3/ impossibilité à peu près totale d'obtenir une étanchéité parfaite du filetage,

4/ grippage du filetage extrêmement fréquent,

5/ conséquence des inconvénients 2 et 3 : grands dispersion des résultats.

A côté de tous ces inconvénients, apparaît un avantage : mise en oeuvre beaucoup plus facile que la confection du joint de cire, mais cet avantage ne peut évidemment compenser les inconvénients 2 et 3.

L'on a essayé de supprimer les inconvénients 2 et 3 en plaçant, dessus et dessous l'échantillon, divers joints :

- joints en élastomère de différents types, de différentes duretés,
- joints métalliques
- joints en matière plastique

Aucun résultat satisfaisant n'a été obtenu.

c) Cuvette à anneau vissé contenant un vase à tare

L'on a essayé de ne pas mettre le Ca Cl2 directement en contact avec la cuvette, mais dans un petit récipient en verre placé dans la cuvette. Ce procédé aurait eu l'avantage de permettre de peser uniquement le récipient en verre. Mais, outre tous les inconvénients de la cuvette à anneau vissé, l'on ajoutait celui de devoir, à chaque pesée, démonter et remonter l'appareil.

2°) Méthode de la cuvette humide

L'on a essayé de remplacer le Ca Cl2 dans la cuvette par de l'eau, et de placer l'ensemble dans une atmosphère sèche. L'on ne mesurait plus alors un gain de poids, mais une perte de poids.

Les inconvénients se sont révélés nombreux.

Tout d'abord, il était nécessaire d'utiliser une cuvette à anneau vissé. Ensuite il a été évidemment impossible de faire varier les tensions de vapeur de chaque côté du film de façon précise. A 40 °C, par exemple, on a constaté que, puisqu'il y a saturation dans la cuvette, des gouttelettes d'eau se déposaient sur la face interne du film.

Si l'on opère au bain de sable ou au bain d'huile, il faut avant chaque pesée essuyer soigneusement la cuvette, première cause d'erreur, d'autre part, il est nécessaire que la tension de vapeur du milieu extérieur ambiant soit constante, pendant toute la durée de l'essai. Si la cuvette est à 40 °C et que dans le Laboratoire la température et l'hygrométrie passent de 15 °C et 80 % H.R. à 30 °C et 70 % H.R. dans la même journée, les tensions de vapeur passent de 10 mm Hg à 22 mm Hg pour le milieu extérieur, mais la tension de vapeur à l'intérieur de la cuvette est toujours de 53 mm Hg environ.

Aucune mesure précise ne peut être faite dans ces conditions.

Cet inconvénient ne peut d'ailleurs être éliminé en plaçant la cuvette dans le four "sec" à 40 °C. L'air contenu dans ce four n'est sec que par rapport à l'humidité qu'il contenait avant la mise en route du chauffage. Si cet air était à 20 °C et 65 % H.R. au moment de la mise sous tension du four, à 40 °C il sera encore à 20 % H.R. et ne pourra descendre plus bas que si les circonstances atmosphériques s'y prêtent. Mais, toujours pour les mêmes raisons, l'humidité relative ne pourra remonter dans ce même four, au cours de la même journée sans que l'on puisse intervenir.

3°) Méthode du sachet

L'on a enfin essayé de placer un sachet de Ca Cl2 dans une poche constituée par le film à essayer. Le tout étant ensuite placé dans une étuve humide. Ce procédé a l'avantage de permettre d'essayer des surfaces relativement importantes.

Mais les deux inconvénients principaux sont les suivants :

Le sachet ou la capsule perforée contenant du Ca Cl2 est en contact direct avec une portion de la surface du film, alors qu'il faudrait pouvoir placer l'agent deshydratant au centre du volume formé par la poche.

Ce procédé ne permet pas de tracer la courbe de perméabilité du film dans le temps puisque pour peser l'agent deshydratant, il faut détruire le film. La poche est, en effet, trop importante pour passer sur le plateau d'une balance analytique. Si l'on en réduit les dimensions on élimine, en même temps, l'avantage de la méthode.

A la suite des essais que nous avons effectués selon ces différents modes opératoires, nous avons décidé de retenir la méthode de la cuvette sèche, à gorge et à joint de cire.

II - DETERMINATION DE L'ENCEINTE D'ESSAI

A partir du moment où l'on a choisi d'utiliser la cuvette sèche à joint de cire, il devient évident que les meilleures enceintes d'essais possibles, devraient être constituées par des chambres à humidité et température variables et contrôlables. De telles chambres existent actuellement au L.G.E. Nous nous sommes donc attachés, en second lieu, à déterminer :

1°) le moyen de mesurer aussi exactement que possible les températures sèche et humide d'une enceinte;

2°) la gamme des H.R. et des températures qu'il est possible d'obtenir avec les étuves du L.G.E.

* * *

a) Mesure de l'humidité et de la température dans une enceinte de 250 dm3, ventilée

En ce qui concerne la température sèche, aucun problème ne se posait. La difficulté est apparue lorsqu'il s'est agit de mesurer précisément la température humide ou l'humidité.

L'hygromètre à cheveux a été, dès l'abord, écarté.

Des essais assez nombreux ont été faits à l'aide d'une cellule au chlorure de Lithium. Un tel appareil semblait facile à utiliser et est peu coûteux. Malheureusement, la cellule au chlorure de Lithium vieillit très vite, les étalonnages sur solutions de H_2S ou de sels saturés doivent être extrêmement fréquents ; et tous les auteurs ne sont pas d'accord sur les courbes d'humidité obtenues en fonction de la température et des sels utilisés.

C'est pourquoi nous n'avons pas retenu ce moyen de contrôle.

Après la cellule au chlorure de Lithium nous avons essayé un appareil de fabrication suisse, qui nous avait été prêté par le Comptoir Général des Gommes. Cet appareil, extrêmement coûteux, est basé sur les variations de résistivité d'un semi-conducteur en fonction de l'humidité.

Cet appareil nous a paru extrêmement simple d'emploi, sa mise en oeuvre est rapide, sa précision paraît suffisante. Malheureusement, nous n'avons pu l'avoir à notre disposition que durant une quinzaine de jours, ce qui nous a empêché d'observer sa constance dans le temps. Un tel appareil est actuellement en service à la Société Professionnelle des Papiers de Presse, et nous espérons avoir d'ici douze à dix-huit mois des renseignements sur sa constance de précision.

Les appareils à point de rosée ne nous ont pas paru d'une utilisation commode. Il ne nous restait plus que le psychromètre. Nous pensons obtenir par ce moyen une précision suffisante en utilisant des thermomètres de longueurs différentes selon les gammes de températures auxquelles nous travaillerons.

Les tables de Carrier, comme la formule de Sprundt, ont été établies pour des vitesses de veine d'air de 2 à 3 mètres par seconde. Il est certain que dans nos étuves de 250 dm3 nous n'avons pas réalisé ces conditions. Nous sommes en milieu essentiellement turbulent. Cependant, en dehors du psychromètre, nous ne voyons pas actuellement d'autres moyens suffisamment précis et suffisamment peu coûteux de mesurer les différences entre tension de vapeur saturante et tension de vapeur partielle.

C'est pourquoi nous avons décidé d'utiliser un psychromètre à poste fixe sur l'enceinte, avec enregistrement. Nous utiliserons des thermomètres au 1/10 dont les limites de graduations seront fonction des températures d'essai.

Enfin, le psychromètre à poste fixe sera périodiquement vérifié par un psychromètre-étalon à aspiration, établi d'après ASSMANN et décrit dans le projet de norme DIN 50 012.

b) Détermination des gammes H.R. et degrés C qu'il est possible d'obtenir dans les étuves 250 dm³ du L.C.E.

La température ambiante de l'atelier où sont placées ces étuves ne descendant jamais en dessous de 15 °C et montant à 30 °C l'été, la limite inférieure de température humide est très vite atteinte. Pratiquement, il est à peu près impossible d'afficher une température humide inférieure à 25 °C. Durant deux mois cette limite remonte même à 30 °C. C'est pourquoi avec le matériel dont nous disposons actuellement, il nous est impossible de travailler à des humidités inférieures à 50 % H.R. en dessous de 35 °C.

Nous avons longuement essayé divers moyens pour dessécher l'air des enceintes. En particulier, nous avons essayé d'amener une conduite d'air froid depuis le caisson 1 m3 froid jusqu'à l'étuve humide. Aucun résultat durable n'a été obtenu.

Nous avons donc décidé d'abandonner provisoirement l'étude des P.V.E. en fonction des variations de H.R. et de degrés C jusqu'à ce que nous disposions d'une étuve avec source froide.

Nous avons alors décidé d'adopter comme conditions d'essais : 38 °C et 93% H.R. ± 3 %. Cependant au cours du 2ème semestre 1962, le L.C.E. recevra un caisson de 1 m3 froid-chaud-humide dont les gammes de température et humidité permettront de réaliser d'autres conditions.

III - CHOIX DES MATERIAUX A ESSAYER

Après avoir déterminé :

1/ le mode opératoire
2/ l'enceinte à utiliser
3/ les appareils de mesure à utiliser
4/ la température et l'humidité relative auxquelles l'on commencerait les essais,

il restait à adopter une gamme de matériaux. Les matériaux les plus utilisés sont actuellement : le polyéthylène haute pression en épaisseur de 3 à 25/100, le chlorure de vinyle en épaisseur de 10 -15-30/100, le rilsan dans les mêmes épaisseurs que le polyéthylène.

IV - PREMIERES MESURES

Les premières mesures ont été effectuées au cours du mois de Juin 1962, à 38°C ET 93 %HR sur des polyéthylène haute pression, d'épaisseurs : 15/100 - 4/100.

Les quelques résultats obtenus sont consignés dans les deux tableaux ci-après.

Dans le mois de Septembre 1962, toute une série de mesures systématiques va être entreprise dont le dépouillement des résultats apparaîtra au début de 1963.

TABLEAU I - E = 15/100

	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24 h	24h	24h	24h	MOYENNE
1	0,015	0,063			0,028	0,042	0,055								0,021
2	0,015	0,080			0,027	0,025	0,026								0,024
3	0,016	0,079			0,010	0,025	0,033								0,023
4	0,011	0,062			0,026	0,021	0,018								0,019
5	0,012	0,064			0,025	0,033	0,035								0,024
6	0,011	0,061			0,015	0,015	0,010	0,019		0,044					0,016
7	0,011	0,061			0,025	0,003	0,023	0,020		0,037					0,017
8	0,015	0,072			0,026	0,022	0,029	0,029		0,078					0,024
9	0,007	0,066			0,025	0,017	0,024	0,022		0,065					0,020
10	0,012	0,064			0,038	0,011	0,022	0,030		0,076					0,023
11	0,028	0,022	0,032	0,050											0,027
12	0,017	0,019	0,023	0,038											0,024
13	0,034	0,111													0,032
14	0,019	0,019	0,022	0,033											—
15	0,085	0,144													
16		0,060		0,056		0,041			0,050						0,020
17		0,061		0,052		0,037			0,044						0,019
18		0,059		0,056		0,046			0,047						0,020
19		0,057		0,067		0,025			0,046						0,019
20		0,065		0,048		0,037			0,058						0,020

TABLEAU II - E = 4/100

1	0,049	0,164	0,048	0,050	0,045	0,066	0,138						0,051
2	0,064	0,202	0,067	0,046	0,059	0,070	0,156						0,060
3	0,100	0,381	0,122	0,121	0,105	0,131	0,342						0,118
4	0,037	0,201	0,064	0,065	0,052	0,077	0,184						0,061
5	0,053	0,202	0,061	0,065	0,054	0,075	0,177						0,057
6	0,048	0,182	0,054	0,058	0,050	0,070	0,164						0,057
7	0,058	0,209	0,060	0,063	0,058	0,083	0,195						0,066
8	0,054	0,209	0,076	0,051	0,062	0,074	0,182						0,064
9	0,049	0,182	0,059	0,059	0,046	0,075	0,165						0,057
10	0,047	0,178	0,058	0,053	0,042	0,072	0,165						0,056
11		0,272		0,156		0,141	0,200						0,070
12		0,247		0,141		0,133	0,179						0,064
13		0,543		0,277		—	—						—
14		0,226		0,144		0,120	0,173						0,060
15		0,205		0,131		0,111	0,171						0,056
16 à 20		/		/		/	/			/			/

256 F - Oct.1962 - 1,000